

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu untuk sintesis di antaranya adalah gelas kimia 100 mL (Pyrex), corong Buchner (Berlin), Erlenmeyer berpenghisap 250 mL (Duran) dan lumpang alu, neraca analitik, oven (Memmert), pompa vakum, spatula, batang pengaduk dan hot plate. Selain itu, untuk karakterisasi dibutuhkan pipa kapiler untuk uji titik leleh, FTIR (Shimadzu 8400), UV-Vis, ¹H-NMR (Delta 2_NMR) dan MS (*Mass spectrometry*) (Waters LCT Premier X6), ¹³C-NMR (Delta 2_NMR), dan TG-DTA (Shimadzu 60A).

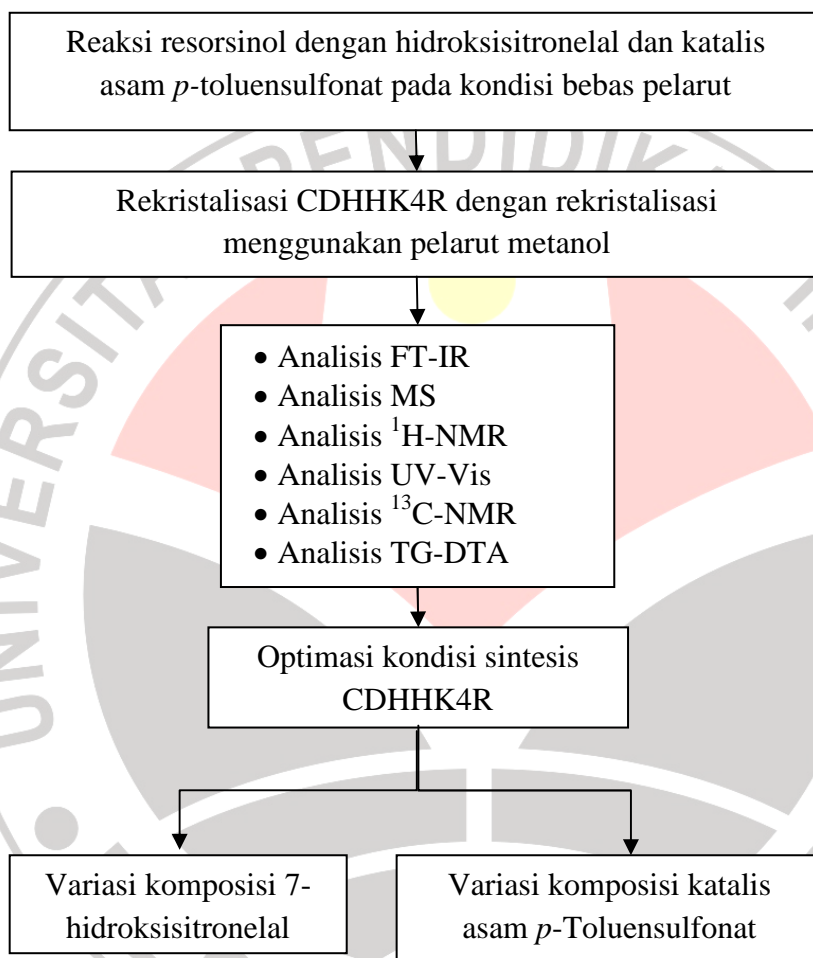
3.2.2 Bahan

Bahan utama yang digunakan untuk sintesis adalah resorsinol p.a (Brataco), asam *p*-toluensulfonat p.a (Merck) dan hidroksisitroneal 98% (Aldrich). Bahan tambahan yang dibutuhkan yaitu aquades dan metanol (Brataco) dengan kualitas teknis.

3.2 Tahapan Penelitian

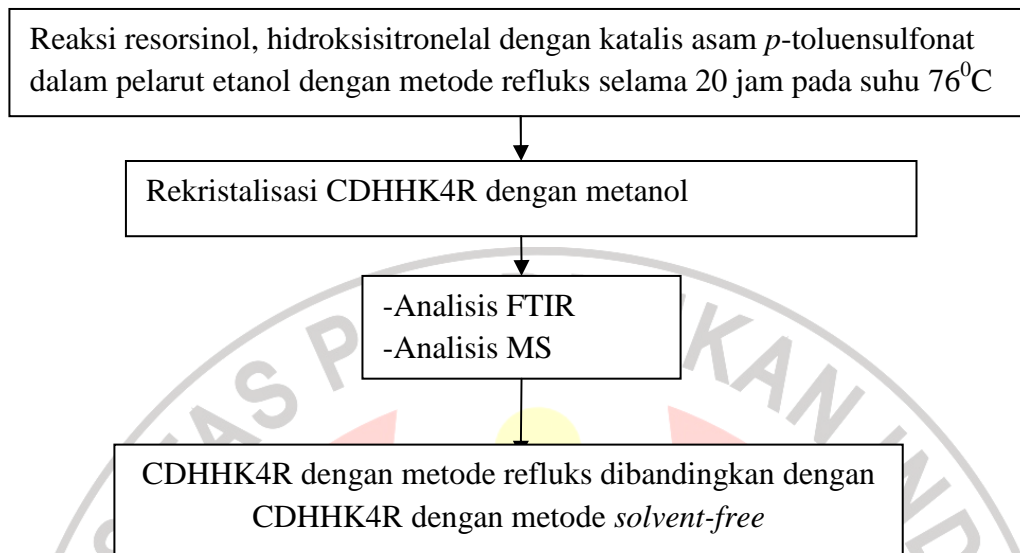
3.2.1 Tahapan sintesis C-2,6-dimetil-6-hidroksiheptilkaliks[4]resorsinarena (CDHHK4R) menggunakan metode *solvent-free*

Bagan alir tahapan penelitian ditunjukkan pada Gambar 3.1



Gambar 3.1 Tahapan sintesis CDHHK4R menggunakan metode *solvent-free*

3.2.2 Tahapan sintesis C-2,6-dimetil-6-hidroksiheptilkaliks[4]resorsinarena menggunakan metode refluks



Gambar 3.2 Tahapan sintesis CDHHK4R menggunakan metode refluks

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Sintesis CDHHK4R menggunakan metode *solvent-free*

Sintesis CDHHK4R dilakukan dengan mencampurkan resorsinol (0,33 gram; 0,003 mol), 7-hidroksisitronelal (1,034 gram; 0,003 mol), dan katalis asam *p*-toluensulfonat sebanyak 5% dari jumlah resorsinol dan 7-hidroksisitronelal ke dalam mortar. Campuran ini kemudian digerus hingga terbentuk pasta padat yang kemudian mengeras. Pasta padat yang terbentuk didiamkan selama 1 jam. Padatan yang terbentuk kemudian dicuci dengan air untuk menghilangkan asam kemudian disaring dan dikeringkan selama 1 hari dalam oven dengan suhu 50°C untuk menghilangkan air. Setelah kering, padatan tersebut kemudian direkristalisasi dengan metanol. Kristal yang terbentuk disaring dan dikeringkan pada suhu 50°C dalam oven hingga kering.

3.3.2 Karakterisasi CDHHK4R

Senyawa CDHHK4R hasil direkrystalisasi kemudian dikarakterisasi di antaranya menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), uji titik leleh, UV-vis, FTIR, MS (*Mass spectrometry*), dan $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$ dan TG-DTA.

3.3.3 Sintesis CDHHK4R menggunakan metode refluks

Sintesis CDHHK4R dengan metode refluks dilakukan dengan mencampurkan resorsinol (0,33 gram; 0,003 mol), 7-hidroksisitroneal (1,034 gram; 0,003 mol), dan katalis HCl sebanyak 5 ml dalam 50 ml etanol. Campuran ini kemudian direfluks selama 20 jam pada suhu 76°C . Padatan yang terbentuk kemudian dicuci dengan air untuk menghilangkan asam kemudian disaring dan dikeringkan selama 1 hari dalam oven dengan suhu 50°C untuk menghilangkan air. Setelah kering, padatan tersebut kemudian direkrystalisasi dengan metanol. Produk yang terbentuk disaring dan dikeringkan pada suhu 50°C dalam oven hingga kering. Karakterisasi CDHHK4R yang diperoleh dengan metode refluks yaitu spektroskopi massa dan FTIR. Hasil karakterisasi kemudian dibandingkan dengan CDHHK4R yang dihasilkan dari metode *solvent-free*.

3.3.4 Optimasi sintesis CDHHK4R menggunakan metode *solvent-free*

3.3.4.1 Optimasi Sintesis CDHHK4R pada Variasi Komposisi 7-Hidroksisitroneal

Optimasi kondisi sintesis CDHHK4R dilakukan dengan mencampurkan resorsinol (0,33 gram; 0,003 mol) dan 7-hidroksisitroneal dengan variasi komposisi masing- masing 0,258 gram (0,0015 mol); 0,517 gram (0,003 mol); 0,775 gram (0,0045 mol); 1, 034 gram (0,006 mol); 1,292 gram (0,0075 mol);

1,550 gram (0,009 mol) dalam mortar. Kemudian ditambahkan katalis asam *p*-toluensulfonat sebanyak 5% dari jumlah resorsinol dan hidroksisitronelal yang digunakan. Campuran ini kemudian digerus hingga terbentuk pasta padat. Pasta padat yang terbentuk didiamkan selama 1 jam. Padatan yang terbentuk kemudian dicuci dengan air untuk menghilangkan asam kemudian disaring dan dikeringkan selama 1 hari dalam oven dengan suhu 50⁰C untuk menghilangkan air. Setelah kering, padatan tersebut kemudian direkristalisasi dengan metanol. Produk yang terbentuk disaring dan dikeringkan pada suhu 50⁰C dalam oven hingga kering.

3.3.4.2 Optimasi sintesis CDHKK4R pada Variasi Jumlah Katalis asam *p*-Toluensulfonat.

Setelah diperoleh hasil optimum dari sintesis CDHKK4R dengan variasi komposisi hidroksisitronelal, kemudian dilakukan variasi komposisi katalis yang digunakan. 0,003 mol resorsinol dan hidroksisitronelal dengan komposisi optimum dicampurkan dalam mortar. Kedalam campuran tersebut kemudian ditambahkan katalis asam *p*-toluensulfonat dengan variasi komposisi masing-masing 3%, 4%, 5%, 6% dan 7%. Campuran ini kemudian digerus hingga terbentuk pasta padat. Pasta padat yang terbentuk didiamkan selama 1 jam. Padatan yang terbentuk kemudian dicuci dengan air untuk menghilangkan asam kemudian disaring dan dikeringkan selama 1 hari dalam oven dengan suhu 50⁰C untuk menghilangkan air. Setelah kering, padatan tersebut kemudian direkristalisasi dengan metanol. Kristal yang terbentuk disaring dan dikeringkan pada suhu 50⁰C dalam oven hingga kering.

3.4 Teknik Pengolahan Data

3.4.1 Sintesis CDHKK4R

CDHKK4R hasil disintesis dari hidroksisitronelel dihitung persentase hasilnya dengan menggunakan rumus :

$$\% \text{ hasil} = \frac{m_{\text{percobaan}}}{m_{\text{teoritis}}} \times 100\%$$

$m_{\text{percobaan}}$ adalah massa CDHKK4R hasil percobaan dan m_{teoritis} adalah massa CDHKK4R hasil perhitungan teoritis.

Kondisi optimum sintesis CDHKK4R dengan variasi komposisi 7-hidroksisitronelel, dan komposisi katalis asam *p*-toluensulfonat, ditentukan dari presentasi hasil (setelah rekristalisasi) yang paling besar. Optimasi pertama yang dilakukan yaitu pada variasi komposisi 7-hidroksisitronelel dalam perbandingannya dengan resorsinol. Variasi komposisi resorsinol berbanding 7-hidroksisitronelel yaitu 1:0,5 ; 1:1; 1:1,5; 1:2; 1:2,5 dan 1:3. Selanjutnya yaitu variasi komposisi asam *p*-toluensulfonat dari jumlah resorsinol dan sitronelel yang digunakan yaitu 3%; 4%; 5%; 6% dan 7%. Perhitungan komposisi asam *p*-toluensulfonat yang digunakan dapat dilihat pada persamaan di bawah ini:

$$m_{p\text{-TsOH}} = \frac{\mu}{100} \times (m_{\text{resorsinol}} + m_{\text{hidroksi sitronelel}})$$

μ merupakan persentase katalis yang digunakan misalnya 3, 4, 5, 6, atau 7. Sedangkan m adalah massa reagen baik resorsinol, 7-hidroksisitronelel ataupun asam *p*-toluensulfonat dalam satuan gram.

3.4.2 Karakterisasi CDHHK4R

Karakterisasi CDHHK4R yang disintesis dari resorsinol dan 7-hidroksisitronelal di antaranya adalah kromatografi lapis tipis untuk mengetahui keberhasilan senyawa hasil sintesis yang dilihat dari pergerakan senyawa hasil sintesis dengan reagen yang digunakan untuk mensintesis senyawa tersebut. Uji titik leleh menggunakan *melting point-apparatus* untuk menentukan rentang titik leleh ketika senyawa mulai meleleh sampai senyawa tersebut meleleh seluruhnya. Karakterisasi lainnya yang menggunakan instrumen khusus di antaranya adalah FTIR yaitu untuk menentukan gugus fungsi CDHHK4R hasil sintesis, MS (*Mass spectrometry*) mengukur massa molekul CDHHK4R dan analisis $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ untuk mengetahui angka geseran kimia CDHHK4R sehingga dapat diketahui struktur senyawa tersebut. Sedangkan Analisis TG-DTA untuk mengetahui sifat termal senyawa .